

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

#5

PUBLICATION NUMBER : 11107154  
PUBLICATION DATE : 20-04-99

APPLICATION DATE : 29-09-97  
APPLICATION NUMBER : 09279377

APPLICANT : ASAHI CHEM IND CO LTD;

INVENTOR : FUJIMOTO KATSUHIRO;

INT.CL. : D04H 3/16 D01F 6/62

TITLE : POLYESTER ULTRAFINE FIBER WEB

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polytrimethylene terephthalate ultrafine fiber web by melt blow method, excellent in softness and abrasion property, capable of dyeing into deep color at normal pressure and hardly containing polymer balls.

SOLUTION: This polyester ultrafine fiber web comprises an ultrafine fiber web composed of substantially polytrimethylene terephthalate comprising an ultrafine fiber group having 0.8-5  $\mu$ m average fiber diameter and 0.4-1.0 intrinsic viscosity. The resultant polytrimethylene terephthalate ultrafine fiber web is useful for clothes for base fabric or the like of synthetic leather substitutes, filters, tapes, disposable diapers, base fabric of cataplasm, fatigue uniforms, wiping clothes, heat-insulating cotton pad, core fabrics, sheet or the like.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-107154

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月20日

|                           |       |                      |
|---------------------------|-------|----------------------|
| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号  | F I                  |
| D 0 4 H 3/16              |       | D 0 4 H 3/16         |
| D 0 1 F 6/62              | 3 0 6 | D 0 1 F 6/62 3 0 6 P |

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 6 頁)

|           |                  |          |  |
|-----------|------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願平9-279377      | (71) 出願人 | 000000033<br>旭化成工業株式会社<br>大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号 |
| (22) 出願日  | 平成9年(1997) 9月29日 | (72) 発明者 | 加藤 仁一郎<br>宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内       |
|           |                  | (72) 発明者 | 藤本 克宏<br>宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内        |
|           |                  | (74) 代理人 | 弁理士 清水 猛 (外3名)                               |

(54) 【発明の名称】 ポリエステル極細繊維ウエブ

(57) 【要約】

【解決手段】 実質的にポリトリメチレンテレフタレートからなる極細繊維ウエブであって、0.8~5 $\mu$ mの平均繊維径と、0.4~1.0の極限粘度を有する極細繊維群からなるポリエステル極細繊維ウエブ。

【効果】 本発明によれば、メルトブロー法による、柔軟性、磨耗性に優れ、常圧で濃色に染色することができポリマー玉が少ない、メルトブロー法によるポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウエブを提供することができる。得られたポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウエブは、人工皮革基布等の衣料用、フィルター、テープ、使い捨ておむつ、パップ剤基布、作業着、ワイピングクロス、保温中綿、芯地、シート等に有用である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 実質的にポリトリメチレンテレフタレートからなる極細繊維ウエブであって、0.8〜5 $\mu$ mの平均繊維径と、0.4〜1.0の極限粘度を有する極細繊維群からなるポリエステル極細繊維ウエブ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、メルトブロー法によるポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウエブに関する。更に詳しくは、柔軟性、磨耗性に優れ、常圧で濃色に染色することができポリマー玉が少ない、メルトブロー法によるポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウエブに関する。

## 【0002】

【従来の技術】メルトブロー法による重合体の紡糸方法については、インダストリアル・アンド・エンジニアリング・ケミストリー 第48巻、第8号、1956年1342〜1346頁に記載されており、その中ではポリエチレンテレフタレートを用いた極細繊維ウエブが紹介されており、それ以降、ポリエチレンテレフタレートホモポリマー、ポリエチレンテレフタレート共重合体、ポリブチレンテレフタレートを用いた、メルトブロー法による極細繊維ウエブに関する特許出願が数多くなされている（特開昭53-65471号公報、特公昭63-53309号公報、特開平3-8855号公報、特開昭4-2850号公報）。

【0003】一方、テレフタル酸またはテレフタル酸ジメチルに代表されるテレフタル酸の低級アルコールエステルと、トリメチレングリコール（1, 3-プロパンジオール）を重縮合させて得られるポリトリメチレンテレフタレートは、優れた弾性回復性、低弾性率（ソフトな風合い）、易染性といったポリアミドに類似した性質と、耐光性、熱セット性、寸法安定性、低吸水性といったポリエチレンテレフタレートに類似した性能を併せ持つ画期的なポリマーであり、その特徴を生かしてBCFカーペット、ブラシ、テニスラケットなどに応用されている（特開平9-3724号公報、特開平8-17324号公報、特開平5-262862号公報）。

【0004】ポリトリメチレンテレフタレートを用いたメルトブロー極細繊維ウエブが得られれば、新規な特徴を持つウエブが期待できるものの、これまでにそのような提案はなされていないのが現状である。もちろん、メルトブローによるポリエステルウエブの出願において、ポリエステルの例としてトリトリメチレンテレフタレートが数多く羅列されたポリマー例の一つとして示されているものはあるものの、その特徴、工業的な有用性や製造法は示されていない。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ポリトリメチレンテレフタレートの分子構造は、ポリエチレンテレフタレート

のエチレン部分にメチレンを一つ導入した構造であるために、基本的にはポリエチレンテレフタレートに近い条件で容易にメルトブローできると想像できるかもしれない。しかしながら、ポリトリメチレンテレフタレートはポリエチレンテレフタレートに比較して、結晶速度が極めて速い、熱安定性がかなり低い、重合物中にオリゴマーや低分子量不純物を多く含んでいる等の相違点があり、そのままポリエチレンテレフタレートの場合の製造条件を適用しても粗悪なウエブしか得られない。

10 【0006】本発明の課題は、ポリトリメチレンテレフタレートの持つ優れた性能を極細繊維ウエブに応用し、新規な性能を引き出しその工業的製造法を確立することである。その結果、ポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウエブは、柔軟性、磨耗性に優れ、常圧で濃色に染色することができ、ポリマー玉が少ないウエブになることを見出したのである。常圧で濃色に染色でき、しかも堅牢性に優れたメルトブロー法によるポリエステル極細繊維ウエブは、染色工程の簡略化等に極めて有用であるが、これまでにそのようなものは実質ないのが現状である。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、実質的にポリトリメチレンテレフタレートからなる極細繊維ウエブであって、0.8〜5 $\mu$ mの平均繊維径と、0.4〜1.0の極限粘度を有する極細繊維群からなるポリエステル極細繊維ウエブを提供するものである。本発明に用いるポリマーは、実質的にテレフタル酸と1, 3-プロパンジオールを重縮合せしめて得られるポリトリメチレンテレフタレートである。本発明において実質的にとは、ポリトリメチレンテレフタレートホモポリマーであっても以下に示すポリトリメチレンテレフタレートコポリマーであってもよいことを示す。すなわち、本発明の目的・効果を損なわない範囲で、イソフタル酸、コハク酸、アジピン酸、2, 6-ナフタレンジカルボン酸、5-スルホイソフタル酸テトラブチルボスホニウム塩等の酸成分や、1, 4-ブタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール等のグリコール成分、 $\epsilon$ -カプロラクトン、4-ヒドロキシ安息香酸、ポリオキシエチレングリコール、ポリテトラメレングリコール等が10wt%未満共重合されていてもよい。

【0008】また、ポリトリメチレンテレフタレートには、必要に応じて、各種の添加剤、例えば、艶消し剤、熱安定剤、消泡剤、整色剤、難燃剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、結晶核剤、蛍光増白剤などを共重合、または混合してもよい。本発明に用いるポリマーは、トリメチレンテレフタレートのオリゴマーの含有量が3wt%以下であることが好ましく、これによって強度低下を避けることが可能になるほか、工業的に必要な紡糸安定性を確保できる。尚、トリメチレンテレフタ

レートオリゴマーとは、通常トリメチレンテレフタレート単位が2〜4個繋がったオリゴマーであり、線状構造であっても、環状構造であってもよい。

【0009】3wt%を超える場合には、例えば、紡糸する場合にオリゴマーがノズル周りに析出し、ポリマー玉が生成しやすくなる。長時間安定に紡糸を行うためには、1.5wt%以下が好ましく、更に好ましくは1wt%以下である。更に、得られた繊維の毛羽が少なくなるという点では、0.5wt%以下、更に好ましくは0.3wt%以下が好ましく、もちろん理想的には不含である。尚、ポリマー玉とはウエブ構成繊維の直径約10〜500倍程度の直径を有する玉状ポリマーまたは繊維の端部や中央部に生成したコブ状ポリマーである。このポリマー玉は顕微鏡を用いて観察するか、またはウエブをそのまま、もしくはウエブにプレス、カレンダー、交絡処理その他の手段を施して、その繊維密度を高めた後、これを染色することによって検知できる。ポリマー玉が多く存在すると、得られる極細繊維ウエブの用途が大きく制限され、特に人工皮革用基布としては使用不能となる。

【0010】更に、本発明に用いるポリマー中には、分子量300以下の有機物の含有量が1wt%以下であることが好ましく、この範囲内で着色しないとか、耐光性に優れるといった性能を確保できる。ここで言う分子量300以下の有機物とは、ポリマーに共重合されていない有機物である。本発明者らの検討によれば、分子量300以下の有機物としては、アリルアルコール、アクロレイン、2-ブタノール、ヘキサノール、ヘプタノール、グリシジルメチルエーテル、オキシプロピルメチルエーテル等が存在し、これらの化合物の総量が成形性、製品耐久性、耐候性に大きな影響を与えることを見出した。分子量300以下の有機物の含有量が1wt%を超える場合には、ポリマー玉が発生しやすくなったり、光で着色しやすいものになってしまう。好ましくは、分子量300以下の有機物の含有量が5000ppm以下であり、特に好ましくは、1000ppm以下である。もちろん、理想的には不含である。

【0011】本発明に用いるポリマーの融点としては、227℃以上であることが好ましい。ここで融点とは、220〜250℃の範囲で融解と考えられるピークのピーク値と定義する。融解ピークが複数存在する場合（ショルダーピークも含む）は、低い温度のピークを融点とする。融点が227℃未満では耐候性の低下が起りやすくなる。例えば、一度ポリトリメチレンテレフタレートを製造し、そのポリマーを200℃程度で固相重合すると、オリゴマーの含有量を大きく低下させることができる。しかしながら、固相重合を行うと、原料ポリマーの融点が大きく低下し、225℃にも満たない状態となる。このようなポリマーの中には、トリメチレングリコールが2量化して生成するビス-3-ヒドロキシプロピ

ルエーテルが大量に共重合されたり、末端カルボキシル基量が増えたりし、その結果、紡糸安定性や耐候性が低下しやすい。好ましいポリマーの融点としては230℃以上であり、更に好ましくは233℃以上である。

【0012】本発明に用いるポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は0.4〜1.5が好ましく、更に好ましくは0.7〜1.2である。この範囲で、強度、紡糸性に優れた繊維を得ることができる。本発明における極限粘度 $[\eta]$ とは、次の定義式に基づいて求められる値である。

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \frac{1}{C} \ln \frac{\eta}{\eta_r} \quad (1)$$

定義式中の $\eta_r$ は、純度98%以上の $\alpha$ -クロロフェノールで溶解した試料の希釈溶液の35℃での粘度を同一温度で測定した上記溶剤自体の粘度で割った値であり、相対粘度と定義されているものである。またCは、上記溶液100ml中のグラム単位による溶質重量値である。

【0013】極限粘度が0.4未満の場合は、ポリマーの分子量が低すぎるため強度発現が困難となる。逆に極限粘度が1.5を超える場合は、溶融粘度が高すぎるために安定な紡糸ができないので好ましくはない。本発明に用いるポリマーの製法として好ましい一例を挙げるならば、テレフタル酸、またはテレフタル酸ジメチルを原料とし、これにトリメチレングリコールを酢酸カルシウム、酢酸マグネシウム、酢酸亜鉛、酢酸コバルト、酢酸マンガンといった金属酢酸塩1種あるいは2種以上を0.03〜0.1wt%加え、常圧下あるいは加圧下でエステル交換率90〜98%でビスヒドロキシプロピルテレフタレートを得る。このように本発明の目的を達成させるためには、遷移金属以外の金属の酢酸塩を用いることが好ましい。次に、チタンテトライソプロピキシド、チタンテトラブトキシド、三酸化アンチモンといった重縮合触媒の1種あるいは2種以上を0.03〜0.15wt%、好ましくは0.03〜0.1wt%添加し、250〜270℃で減圧下反応させる。重合の任意の段階、好ましくは重縮合反応の前に安定剤を入れることが樹脂組成物の白度、ポリトリメチレンテレフタレートオリゴマー量や分子量が300以下の有機物量を特定量に制御できる観点から好ましい。この場合の安定剤としては、5価または/および3価のリン化合物やヒンダードフェノール系化合物が好ましい。

【0014】5価または/および3価のリン化合物としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリメチルホスファイト、トリエチルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリフェニルホスファイト等が挙げられ、特に、トリメチルホスファイトが好ましい。ヒンダードフェノール系化合物とは、フェノール系水酸基の隣接位置に立体障害を有する置換基を持つフェノール系誘導体であり、分子内に1個以上のエステル

結合を有する化合物である。

【0015】具体的には、ペンタエリスリトールテトラキス〔3(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン、1, 3, 5-トリメチル-2, 4, 6-トリス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、3, 9-ビス〔2-〔3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ〕-1, 1-ジメチルエチル〕-2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ〔5, 5〕ウンデカン、1, 3, 5-トリス(4-tert-ブチル-3-ヒドロキシ-2, 6-ジメチルベンゼン)イソフタル酸、トリエチルグリコールビス〔3(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、1, 6-ヘキサンジオールビス〔3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、2, 2-チオジエチレンビス〔3(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、オクタデシル-3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕を例示する。中でもペンタエリスリトールテトラキス〔3(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕が好ましい。

【0016】上記の方法で得られたポリマーには、一般的に次に示す性質を持つ。共重合されたビス-3-ヒドロキシプロピルエーテルの含有量は0.1wt%以下である。また、色相をb値で示すと10以下、場合によっては3以下である。また、末端カルボキシル基量は10~35mg当量/kgである。本発明のポリエステル極細繊維ウェブを構成する繊維は、0.8~5μmの平均繊維径の範囲であって、適度な繊維径分布を有する混合繊維である。平均繊維径が0.8μm未満では得られる繊維の強度が不十分になると同時に、発色性、堅牢性の低下が起こる。一方、5μmを越えると、柔軟性に乏しい粗悪な感触を与えるウェブにしかない。また、この極細繊維は極めて小さな繊維径を有しているため、繊維の平均長さを測定することは困難であるが、30mm以上、多くの場合は70~350mm程度と推定できる。

【0017】本発明のポリエステル極細繊維ウェブの目付量は用途によって任意に設定できるが、一般に5~200g/m<sup>2</sup>の範囲である。本発明のポリエステル極細繊維ウェブは、0.4~1.0の極限粘度を有する。このために得られるウェブは柔軟性に富んだものであるにも関わらず、強度が高い。0.4未満では強度が低く、ポリマー玉が生じたりする。一方、1.0以上ではウェブを構成する繊維がもつれてがさついたり、ヒリングが生じたりする。好ましくは、強度と表面性が共に優れているとの観点から0.6~0.8の範囲である。

【0018】本発明のポリエステル極細繊維ウェブの好ましい製造法を図面に基いて以下に説明する。押出機内で溶融されたポリマー流は、適当なフィルターのよって濾過された後、メルトブローダイ(1)の溶融ポリマー導入部(2)へ導かれ、その後オリフィス状ノズル(3)から吐出される。それと同時に加熱気体導入部(4)に導入された加熱気体をメルトブローダイ(1)とリップ(6)により形成された加熱気体噴出スリット(5)へ導き、ここから噴出して、前記吐出ポリマー液に当たってこれを細化して極細繊維を形成する。次いでこれをシート状に捕集してウェブを形成する。

【0019】本発明においては、ポリマーの溶融押し出し温度を260~300℃にすることが重要である。300℃を越えると、ポリマーが熱劣化、加水分解の加速などを起こして溶融粘度が低下し、得られるウェブの強度が低下する他、ポリマー玉の生成、目付斑、染色堅牢性の低下を起こす。次に、本発明ではポリマー流を吹き飛ばし極細化するために噴出する高温高速気体流の温度を270~320℃にすることが重要である。270℃未満では吐出ポリマー流に対する冷却効果が過大になるため、ポリマー流の細化が不十分となりポリマー玉が増大しウェブの品質を大幅に低下させてしまう。一方、320℃を越えるとこの気体からの伝熱によって溶融ポリマー導入部(2)やオリフィス状ノズル(3)の温度が300℃を越えてしまう。好ましくは、270~290℃である。用いるブローガスとしては、スチーム及び空気がポリマーの劣化が少なくコスト面からも有利である。

【0020】本発明では噴出する高温高速気体の噴出圧力は、0.3~4kg/cm<sup>2</sup>の範囲に設定することが好ましい。尚、噴出圧力は加熱気体導入部(4)のリップ(6)に近い点で測定した値である。この噴出圧力が0.3kg/cm<sup>2</sup>未満の場合には噴出気体のポリマー細化エネルギーが小さくなるために、細化不良となる。そのために、柔軟性の低下、目付斑が起こる。一方、4kg/cm<sup>2</sup>以上では、ポリマーの細化も進み、ウェブの強度は強くなって好ましい方向となるものの、発色性、堅牢性が低下し、また噴出気体の力が強すぎるために捕集されたウェブの一部が巻き上げられたりして表面品位が劣ってしまう。このような現象はポリエチレンテレフタレートでは生じないが、ポリトリメチレンテレフタレートでは起こりやすくなる。

【0021】

【発明の実施形態】以下、実施例などを挙げて本発明をより詳細に説明するが、言うまでもなく本発明は実施例などにより何ら限定されるものでない。尚、実施例中の主な測定値は以下の方法で測定した。

(1) 極限粘度

この極限粘度[η]は次の定義式に基づいて求められる値である。

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} 1 / (C \times (\eta_r - 1))$$

C → 0

定義式中の $\eta_r$ は、純度98%以上の $\alpha$ -クロロフェノールで溶解した試料の希釈溶液の35℃での粘度を同一温度で測定した上記溶剤自体の粘度で割った値であり、相対粘度と定義されているものである。またCは、上記溶液100ml中のグラム単位による溶質重量値である。

#### 【0022】(2) 融点

セイコー電子社製DSCを用い、20℃/minの昇温速度で100ml/minの窒素気流下中で測定した。ここでは、融解のピークのピーク値を融点とした。

#### (3) PTTオリゴマーの定量

微細化したポリエステル樹脂組成物、ポリエステル繊維を、ソックスレー抽出器を用いてクロロホルムで50時間抽出し、得られた残渣に含まれるオリゴマーを用いた試料に対する重量%で示した。

#### 【0023】(4) 分子量300以下の有機物の構造決定と定量

(3)で得たクロロホルム液からポリエステル樹脂組成物、繊維に含まれる分子量300以下の有機物を求めた。キャピラリーカラムを備えたガスクロマトグラフィーを用いて分析を行った。用いたカラムはシリコン系とポリエチレングリコール系の2種を用いた。分離した各成分について、構造決定にはマススペクトル(GC-MS)を用い、その秤量は検量線を作成し、用いた試料に対する濃度をppmで求めた。

#### 【0024】(5) 平均繊維径

サンプルの任意の10ヶ所について、電子顕微鏡により倍率2000倍で10枚写真撮影を行った。1枚の写真につき、任意の10本の繊維の直径を測定し、これを10枚の写真について行った。合計100本の繊維径測定値を求め、平均値を計算した。

#### (6) 目付量

ウェブの巾方向にわたって連続的に10cm×10cmのサンプルを切り取り、この重量を計量した。その値の平均値Aと、最大値と最小値の差Rを求め、次式により目付量を測定した。

$$\text{目付量} = R / A \times 100$$

#### 【0025】(7) 柔軟度

カンチレバー法(45度)を用いて評価した。数値が小さいほど柔軟性が高いことを示す。

#### (8) 磨耗性

得られたシートを綿布で400gの加重を掛けて、500回磨耗した。その表面を観察し、表面変化を観察した。

#### (9) 濃色性、湿摩擦堅牢性

カヤロンポリエステルブルー3RSF(日本化薬社製：商品名)の10%owf用い、分散剤にディスパーTL

(明成化学社製：商品名)1g/リットル、浴比1:50、pHを5にして沸騰状態で1時間染色を行った。発色性は色の濃さを1~5級で評価した。この場合、数字が上がるほど濃色性が優れていることを示す。染色物を乾かした後、学振式摩擦試験機を用いて、濡れた綿布で200gの加重を掛けながら染色物を200回摩擦し、綿布への色写りを1~5級で評価した。この場合、数字が上がるほど色移りが少ないことを示す。

【0026】(実施例1、2)テレフタル酸ジメチルと1,3-プロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、理論ポリマー量の0.1wt%に相当する酢酸カルシウムと酢酸コバルトの混合物(9:1)を加え、徐々に昇温して240℃でエステル交換反応を完結させた。得られたエステル交換物にチタンテトラブトキシドを理論ポリマー量の0.1wt%添加し、270℃で2時間反応させた。得られたポリマーの極限粘度は0.7であった。オリゴマー量は0.1wt%であり、分子量300以下の有機物量は、330ppm、融点は234℃であった。紡糸は糸切れもなく、毛羽もなかった。

【0027】得られたポリマーを押出機を用いて290℃で溶解し、溶融ポリマーを1mmピッチで1500個一列に並んだ0.3mmφのオリフィスから吐出させ、ダイオリフィス下60cmに位置せしめた移動する捕集面上に連続的に集積し、目付200g/m<sup>2</sup>になるようにランダムウェブとして巻き取った。実施例1、2のメルトブロー条件および得られたウェブの物性を表1に示した。

【0028】次に、このランダムウェブを金網上に乗せ、下方から真空度50mmHgで吸引しながら、3mmピッチで一直線に配列された0.2mmの径のオリフィスより30kg/cm<sup>2</sup>の圧力で連続的に噴出する高速水流をシート全面に噴き当て、次いで10kg/cm<sup>2</sup>の圧力で同様に処理した。得られたシートの物性も表1に示した。得られたウェブ、シートは、柔軟性、磨耗性に優れ、常圧で濃色に染色することができポリマー玉が少ない優れたものであった。

【0029】(比較例1、2)実施例1で製造したポリマーを用いて、メルトブロー条件を表1記載に変えて実験を行った。得られたウェブ、シートの物性を表1に示した。いずれの場合も、平均繊維径が本発明の範囲をはずれるために、粗悪なものであった。

(比較例3、4)ポリエチレンテレフタレート(比較例3)、ポリブチレンテレフタレート(比較例4)を用いて、実施例1と同様の実験を行った。メルトブロー条件を表1記載に変えて実験を行った。得られたウェブ、シートの物性を表1に示した。比較例3では発色性が悪く、比較例4では湿摩擦堅牢性が悪いことがわかる。

#### 【0030】

【表1】

| 実施例 | メルトブロー条件 |                    | ウェブ物性 |      |          |     | シート物性              |       |     |     |     |        |
|-----|----------|--------------------|-------|------|----------|-----|--------------------|-------|-----|-----|-----|--------|
|     | スチーム温度   | スチーム圧力             | 平均繊維径 | 極限粘度 | ポリマー玉の発生 | 目付重 | 見かけ密度              | 引張強度  | 柔軟度 | 磨耗性 | 発色性 | 湿摩擦堅牢性 |
|     | ℃        | kg/cm <sup>2</sup> | μm    |      |          | %   | kg/cm <sup>3</sup> | kg/cm | mm  |     | 級   | 級      |
| 1   | 288      | 1.8                | 4.0   | 0.63 | ほとんどなし   | 4   | 0.25               | 2.1   | 4.6 | 良好  | 5   | 3-4    |
| 2   | 280      | 1.3                | 3.5   | 0.67 | "        | 5   | 0.24               | 2.0   | 4.4 | "   | 5   | 3-4    |
| 比較例 |          |                    |       |      |          |     |                    |       |     |     |     |        |
| 1   | 280      | 6.0                | 0.7   | 0.48 | 多い       | 5   | 0.30               | 2.3   | 4.0 | 不良  | 4   | 2      |
| 2   | 280      | 0.2                | 10.2  | 0.60 | ほとんどなし   | 8   | 0.35               | 1.7   | 3.1 | 不良  | 5   | 3-4    |
| 3   | 300      | 3.0                | 3.5   | 0.59 | "        | 5   | 0.22               | 2.6   | 5.3 | 不良  | 3   | 4      |
| 4   | 280      | 1.3                | 3.2   | 0.63 | 少ない      | 8   | 0.25               | 1.8   | 4.2 | 普通  | 5   | 1-2    |

【0031】(比較例5) エステル交換触媒として酢酸カルシウムと酢酸コバルトの混合物の代わりにチタンテトラブトキシド0.1wt%を用いた以外は実施例1を繰り返した。得られたポリマーのオリゴマー量は3.5wt%であり、分子量300以下の有機物量は1700ppm、融点は233℃であった。このポリマーを用いて紡糸を行ったが、リップ面に白い有機物が析出し、その影響を受けて、シート内に白い粉が混ざることが認められた。白い粉を分析すると、2量化した環状オリゴマーであることがわかった。

#### 【0032】

【発明の効果】本発明によると、メルトブロー法により、柔軟性、磨耗性に優れ、常圧で濃色に染色することができポリマー玉が少ない、メルトブロー法によるポリトリメチレンテレフタレート極細繊維ウェブを提供する\*

\*ことができる。該ウェブは、人工皮革基布等の衣料用、フィルター、テープ、使い捨ておむつ、パップ剤基布、作業着、ワイピングクロス、保温中綿、芯地、シート等に有用である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明で説明したメルトブロー装置のダイ周辺を概略的に描いた図である。

#### 【符号の説明】

- 1 メルトブローダイ
- 2 熔融ポリマー導入部
- 3 オリフィス状ノズル
- 4 加熱気体導入部
- 5 加熱気体噴出スリット
- 6 リップ

【図1】

図1

